УДК 533.9.07, 535.9.082.5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ КОНДЕНСИРОВАННОЙ ФАЗЫ ГЕТЕРОГЕННОЙ ПЛАЗМЫ

В.А. Власов, В.Ф. Мышкин, И.А. Тихомиров

Томский политехнический университет
E-mail: vlasov@tpu.ru

Описана установка для диагностики гетерогенной низкотемпературной плазмы. Приведены экспериментальные данные по определению гранулометрического состава конденсированной фазы плазмы горения пиротехнических составов.

Гранулометрический состав конденсированной дисперсной фазы (КДФ) оказывает существенное влияние на физико-химические процессы в плазме. Преимуществом интегральных лазерных методов диагностики параметров КДФ является возможность проведения гранулометрического анализа в реальном масштабе времени и без отбора пробы по выбранному сечению плазменного потока.

Недостатком абсолютного большинства известных нефелометров как последовательного, так и параллельного типа является большое время регистрации индикатрисы рассеяния. При безотборном определении гранулометрического состава конденсированной дисперсной фазы плазмы горения пиротехнических составов (ПТС) это приводит как к существенному снижению информативности экспериментальных данных, так и их искажению. Такие нефелометры не пригодны для исследования динамики размеров аэрозольных частиц с быстро изменяющимися параметрами.

Для диагностики параметров плазмы горения ПТС наиболее подходящими являются лазерные методы диагностики, т.к. позволяют проводить безотборный анализ в реальном масштабе времени. Для определения гранулометрического состава плазмы горения ПТС в широком интервале размеров был собран экспериментальный стенд [1], принципиальная схема которого приведена на рис. 1. В составе стенда использованы Ar-, He-Ne- и Nd-лазеры и многоканальный электронный цифровой блок оперативный памяти.

Основным преимуществом разработанного нами стенда по сравнению с известными из научной литературы является параллельная регистрация по 16 каналам оптических характеристик плазменных образований с частотой, задаваемой в диапазоне 1...25 Гц. Время записи одного кадра информации (полная индикатриса рассеяния + спектр пропускания), поступающего по 16 входам в оперативную память, составляет 256 мкс. Могут быть зарегистрированы спектр пропускания на 5–6 длинах волн и индикатриса рассеяния. Длины волн, на которых регистрируются коэффициенты пропускания, определяются используемыми лазерами. Угловые положения световодов для регистрации полной индикатрисы рассеяния могут быть установлены в интервале 5 ...175° через 5°.

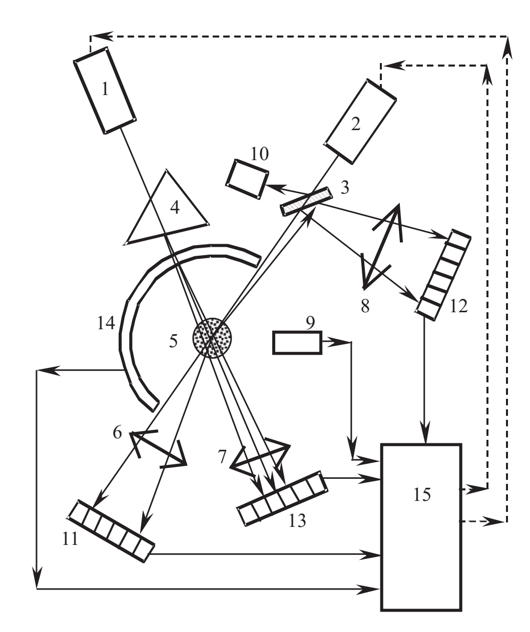


Рис. 1. *Схема экспериментального стенда для диагностики плазмы горения ПТС: 1) ЛГН-506, 2) ГОС-1001, 3) светоделительная пластина, 4) призма, 5) плазменный поток, 6, 7, 8) объективы, 9, 10) фотодиоды, 11, 12, 13, 14) кронштейны со световодами, 15) электронный блок*

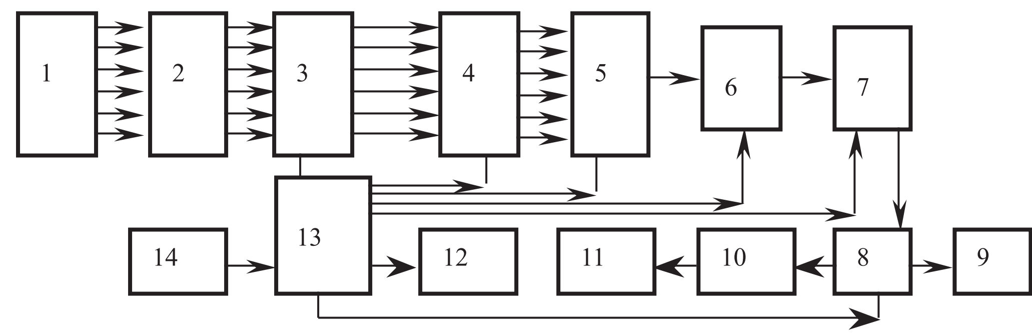


Рис. 2. *Блок-схема многоканального запоминающего устройства: 1) блок фотодиодов, 2) блок усилителей, 3) блок аналоговых ключей, 4) блок аналоговой памяти, 5) аналоговый коммутатор, 6) масштабный усилитель, 7) АЦП, 8) ОЗУ, 9) принтер, 10) ЦАП, 11) осциллограф, 12) блок индикации режимов, 13) блок управления, 14) задающий генератор*

В многоканальном запоминающем устройстве блок фотоприемников осуществляет преобразование входных потоков оптического излучения в электрические сигналы, которые усиливаются блоком усилителей (рис. 2). Аналоговые ключи открываются на время 15±2,5 нс, при этом происходит одновременная зарядка в блоке аналоговой памяти 16-и конденсаторов с малыми токами утечки. Затем заряды конденсаторов, пропорциональные величинам потоков оптического излучения, считываются по очереди, масштабируются, преобразуются в двенадцатиразрядный двоичный код с частотой до 5 кГц с помощью аналого-цифрового преобразователя (АЦП) и запоминаются в оперативном запоминающем устройстве (ОЗУ). Погрешность регистрации световых потоков по различным каналам не превышала 3 %. Содержимое ОЗУ может быть распечатано, а блок цифро-аналогового преобразователя (ЦАП) позволяет выводить на экран универсального осциллографа информацию из памяти в виде одного временного кадра или их непрерывной последовательности.

Оптическая система выделения рассеянных излучений содержит группы световодов, установленных в индивидуальных оправках и сгруппированных на кронштейнах, которые жестко закреплены на рабочем столе. Входные торцы световодов установлены в одной плоскости. Каждый световод имел индивидуальные: диафрагму ∅ 0,5 мм, микролинзу, светофильтр (серый или интерференционный). Выходные концы световодов укладывались в оптический разъем, в ответной части которого располагалась линейка фотодиодов ФД-10ГА. Оптический разъем позволяет оперативно перегруппировывать информационные световоды по разным каналам фотодиодной линейки (например, изменить угловые положения торцов световодов при регистрации полной индикатрисы рассеяния). Размещение регистрирующей аппаратуры в стальном боксе при использовании световодов для передачи световых потоков позволяет полностью отсечь электромагнитные помехи от мощного лазера ГОС-1001.

Регистрировали в установившемся режиме горения ПТС: индикатрисы рассеяния в диапазонах углов 0,5...2,5°; 5...175°; 177,5...180°, интенсивности прошедших через плазму пучков монохроматического излучения используемых лазеров, а также отраженного от нее назад излучения неодимового лазера. Применялась линзовая схема выделения малоугловой индикатрисы. Полная индикатриса выделялась с помощью набора световодов, входные торцы которых расположены на расстоянии 250 мм от оси потока гетерогенной плазмы. Обратное рассеяние отделялось от падающего излучения светоделительной пластиной, и линзой проецировалось на линейку световодов.

Для определения спектрального хода коэффициентов пропускания лазерные пучки излучений Ar-, He-Ne- и Nd- лазеров под небольшими углами пересекали счетный объем, проходили расстояние 3...4 м, фокусировались линзами на входные торцы световодов, расположенных в фокальных плоскостях этих линз. Для превышения уровня энергии лазерного излучения над собираемым потоком собственного свечения плазмы осуществлялось удаление световодов на расстояние 3...4 м от плазмы. Причем на каждый световод устанавливали диафрагму диаметром 0,5 мм, линзу диаметром 30 мм и фокусным расстоянием 50 мм, а также полосовой фильтр. При этом максимально возможный поток собственного свечения плазмы горения ПТС вызывал в фотодиодах сигнал менее минимально регистрируемого электронной аппаратурой значения.

Все используемые многожильные световоды, имевшие прозрачную полиэтиленовую защитную оболочку, помещены в индивидуальный светонепроницаемый матерчатый рукав. Выходные торцы световодов установлены вплотную к линейке фотодиодов ФД-10ГА, расположенных в оптическом разъеме непосредственно в корпусе электронной регистрирующей аппаратуры.

Калибровка лазерного стенда (выравнивание аппаратных постоянных различных каналов электронного блока памяти) заключается в переходе на режим оперативного просмотра на мониторе состояния информационных каналов, установлении в счетный объем изотропного источника излучения (например, раскаленная нихромовая проволока, установленная по оси гетерогенного потока) и компенсации различных значений дополнительного ослабления излучения в световодах путем под-

стройки коэффициентов усиления входных электронных усилителей. Калибровку стенда необходимо производить после изменения пространственного положения хотя бы одного из информационных световодов. Нулевые уровни электронных усилителей по всем каналам выставлялись ежедневно при отсутствии входных оптических сигналов.

Анализ воздействия случайных факторов показал, что суммарная экспериментальная погрешность не превышает 15...20 %. Исследовались составы ПТС, содержащие до 50 % по весу смесь порошков магния и алюминия. Начало регистрации экспериментальных данных осуществлялось с заданной задержкой от момента воспламенения ПТС.

Регистрация интенсивностей пучков лазерного излучения, прошедших и рассеянных на потоке плазмы горения ПТС проводилась в следующей последовательности.

1. Включаются в сеть регистрирующие приборы, система вытяжки продуктов горения.
2. Устанавливаются время задержки начала регистрации интенсивностей излучения от начала загорания, частота регистрируемых отсчетов блока памяти.
3. Устанавливается таблетка ПТС в генератор плазмы.
4. Включаются аргоновый, гелий-неоновый и неодимовый лазеры.
5. Производится зарядка накопительных конденсаторов лазера ГОС-1001 до напряжения, определяемого для каждой рецептуры ПТС экспериментально.
6. Инициируется горение ПТС.
7. После заданного промежутка времени задержки блок оперативной цифровой памяти запоминает состояние информационных каналов (в 64 временных отсчета). При этом информативные кадры находятся в начале записи.
8. Производится просмотр экспериментальных спектров пропускания на экране осциллографа и распечатка на диаграммную ленту числовых значений, пропорциональных значениям интенсивностей прошедшего через плазму излучения.

Были зарегистрированы интенсивности прошедшего плазму излучений используемых лазеров на высоте 30 см от поверхности горения через 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,7; 1,0 с от момента загорания. Предварительная обработка регистрируемых интенсивностей излучения заключалась в усреднении поступающих на каждой длине волны с частотой до 5 кГц значений в течение 1,5 мс (длительность импульса излучения лазера ГОС-1001) при горении одной таблетки ПТС. Усреднение экспериментальных данных проводился по результатам зондирования плазмы горения 10–15 таблеток одной рецептуры. Оптическая плотность плазмы горения ПТС, определяемая из закона Бугера, на длинах волн зондирующего излучений находится в пределах 0,5...2,9. Коэффициент пропускания, определяемый как отношение интенсивностей прошедшего и зондирующего потоков, в диапазоне 470...490 нм в 2...2,5 раза выше, чем его среднее значение в исследуемом диапазоне спектра. Установлено, что режим установившегося горения ПТС достигается за время менее 0,1 с от начала возгорания (рис. 3). Зависимость интенсивности и характера горения ПТС от времени определяется содержанием различных добавок.

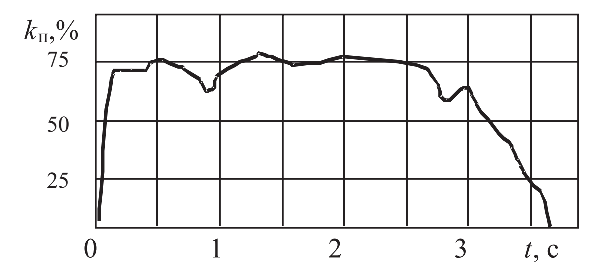


Рис. 3. *Типичный вид осциллограммы временного хода коэффициента поглощения*

Индикатриса рассеяния лазерного излучения длиной волны 1,06 мкм регистрировалась на высоте 15, 40, 65 см от поверхности образца ПТС в режиме установившегося горения. В табл. 1 приведены относительные интенсивности (индикатриса рассеяния) излучения длиной волны 1,06 мкм на дисперсной фазе плазмы горения ПТС. Можно выделить три характерных типа полных индикатрис: "гантель" симметричная в направлениях вперед-назад (минимум интенсивности рассеянного излучения в направлении углов 110...140°), "груша" с максимумом рассеяния в заднюю полусферу, и индикатриса, имеющая перепад интенсивностей до 10 раз при изменении углов на 10...20° – "ромашка". Горение каждого образца ПТС имеет индивидуальный характер. Для каждой рецептуры ПТС экспериментально регистрируемые данные группируются относительно их средних значений. Полные индикатрисы рассеяния, приведенные в табл. 1, соответствуют временным интервалам, отличающимся на 256 мкс, для одного образца. Видно, что за это время может происходить изменение формы полной индикатрисы. Замечена корреляция оптической плотности потока плазмы с интенсивностью собственного свечения плазменного потока.

Таблица 1. *Индикатрисы рассеяния излучения 1,06 мкм на плазме горения ПТС*

5°	10°	35°	45°	55°	75°	85°	95°	105°	125°	140°	160°	175°	180°
12000	230	9,2	9,5	0	3	2	3,8	19	3,5	2,8	21	550	2500
1500	62	1,3	2,3	2,3	1,7	1,5	1,4	1,8	1,4	2,2	2,1	39	1700
1700	53	2,7	1,8	1,6	2,5	2,7	1,9	2,7	1,7	1,6	2,9	71	3600

В табл. 2, 3 приведены усредненные по 15 измерениям значения оптических характеристик, для одного из рецептур пиротехнических составов при зондировании на высоте 15 см от поверхности горения через 0,3 с от начала загорания.

Таблица 2. *Полная индикатриса рассеяния (1,06 мкм) на плазме горения ПТС*

θ°	10	25	45	60	75	95	115	135	150	170
β(θ), отн. ед.	110	80	120	45	180	40	40	45	80	80

При обработке экспериментальных данных использовался метод регуляризации Тихонова с выбором параметра регуляризации в соответствии с принципом обобщенной невязки. Для минимизации функционала Тихонова использовался метод сопряженных градиентов. Оптимизация значения показателя преломления осуществлялось в диапазоне 1,5...2,0, а показателя поглощения 0,01...0,5. С помощью тестовых задач установлено, что используемые алгоритмы обработки данных позволяют восстанавливать положение мод при двухмодальном распределении по размерам частиц конденсированной дисперсной фазы и оценивать соотношение их амплитуд [2].

Таблица 3. *Спектральный ход коэффициента пропускания плазмы горения ПТС*

λ, нм	457,9	476,5	488	496,5	514,5	632,8	1060
T, отн. ед.	0,215	0,174	0,253	0,261	0,252	0,301	0,396

Тестирование программы обработки на ПЭВМ экспериментальных данных осуществлялось в два этапа. На первом этапе выполнялись расчеты в следующей последовательности: гранулометрический состав → спектр пропускания → гранулометрический состав. Установлено, что при суммарной вносимой погрешности, не превышающей 8...10 %, расчетная погрешность, вносимая программой обработки экспериментальных спектров пропускания, не превышает 10...15 %.

На втором этапе тестирования сопоставлялись данные о дисперсности порошка в счетном объеме, получаемые из анализа процесса седиментации различных фракций ультрадисперсного порошка меди в циклогексане и обработкой регистрируемых в те же моменты времени спектрального хода коэффициентов пропускания суспензией.

Определяли значения интенсивности прошедшего через суспензию излучения на дискретных длинах волн видимой области, по которым определялся нулевой спектр пропускания. Для этого измеряли уровни напряжений ФЭУ на выбранных длинах волн с пустой кюветой и с кюветой, содержащей суспензию. Для измерения коэффициентов пропускания кюветы помещалась в колориметрическую установку. После обработки суспензии в центрифуге в течение 15 с кювета повторно устанавливалась в колориметрическую установку. Измеряли первое значение спектра пропускания. Далее кювета с суспензией помещалась в центрифугу, и процесс седиментации повторялся. Рассчитанная по нулевому спектру пропускания дисперсность порошка меди принималась за исходный гранулометрический состав при расчете по седиментационной формуле.

Оптическая плотность суспензии в измеряемом спектральном интервале находится в диапазоне 0,1...1,9. Уменьшение величины оптической плотности со временем на каждой длине волны зондирования происходит не монотонно, а имеет участки возрастания и убывания. Наблюдается тенденция уменьшения значений коэффициентов пропускания с увеличением длины волны зондирующего излучения. Уровень ошибок тестового эксперимента не превышал 2,5 %.

В начальный момент времени функция распределения дисперсных частиц по размерам, определенная по нулевому спектральному ходу коэффициентов пропускания, имела модовый размер 0,08 мкм. Скорость седиментации дисперсных частиц разных размеров в суспензии оценивалась седиментационным соотношением [3]. Сопоставлялись распределения частиц по размерам, полученные из обработки коэффициентов пропускания излучения и рассчитанные по седиментационной формуле. Установлено, что отклонение модальных размеров двух функций распределений не превышает 10 %.

Экспериментальные спектры пропускания и полные индикатрисы рассеяния плазмы горения ПТС обрабатывались с помощью ПЭВМ. Из расчетных данных следует, что основная доля крупной фракции КДФ (рис. 4, *а*) в плазме горения ПТС исследуемой рецептуры находится в диапазоне 10...15 мкм, мелкой фракции (см. рис. 4, *б*) в диапазоне 0,9...1,6 мкм. На рис. 4 сплошной кривой приведены усредненные по 10–15 образцам ПТС значения модальных размеров, пунктирной пределы флуктуации для конкретных реализаций.

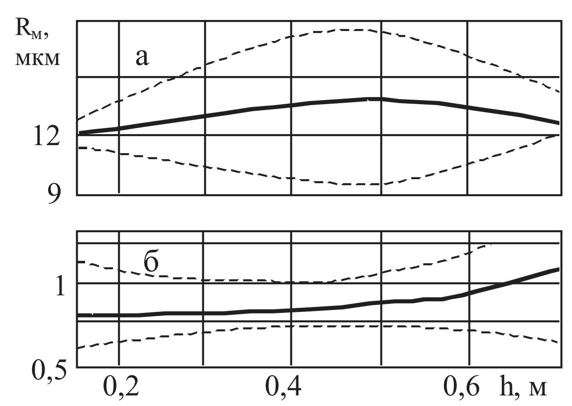


Рис. 4. *Положения модальных размеров КДФ вдоль оси плазменного потока*

Для экспериментальных данных, приведенных в табл. 2 и 3, путем обработки с помощью ПЭВМ получены следующие значения модальных размеров частиц КДФ: 0,3 и 14 мкм. Эти величины не противоречат данным о микроструктуре КДФ, полученным путем отбора проб частиц КДФ из плазменного потока в различные моменты времени.

На рис. 4 приведены графики изменения значений модальных размеров мелкой и крупной фракций вдоль потока плазмы горения ПТС. Пунктирными линиями показаны границы флуктуации значения моды. Из анализа приведенных данных для всех испытанных ПТС можно сделать следующие выводы [4]:

1. Модальные размеры частиц КДФ находятся в интервалах 0,8...2,0 и 10...20 мкм.
2. Вдоль оси потока происходит изменение модальных размеров обоих мод.
3. Диапазон флуктуации модальных размеров уменьшается для мелкой фракции и увеличивается для крупной фракции в средней (по высоте) части факела.
4. В средней части потока плазмы, где происходят наиболее интенсивные химические реакции, диапазон наблюдаемых значений модальных размеров увеличивается по сравнению с начальными в 4...10 раз.
5. Изменение общей ширины распределения частиц КДФ по размерам (сближение или удаление мод), по высоте зондирования, зависит от исходного состава ПТС.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Тихомиров И.А., Мышкин В.Ф. и др. Разработка экспериментального стенда для диагностики конденсированной дисперсной фазы низкотемпературной плазмы. – Препринт № 12–97. – М.: НТЛ, – 1997. – 20 с.
2. Тихомиров И.А., Мышкин В.Ф., Цимбал В.Н. и др. Лазерная диагностика гранулометрического состава дисперсной фазы плазмы горения ПТС // Заводская лаборатория. – 1999. – № 3. – Т. 65. – С. 24–27.
3. Диагностика металлических порошков / В.Я. Буланов, Л.И. Квартер, Т.В. Долгаль, Т.А. Угольникова, В.Б. Акименко. – М.: Наука, 1983. – 278 с.
4. Тихомиров И.А., Власов В.А., Мышкин В.Ф. и др. Применение лазерных систем для исследования изменения дисперсности гетерогенных плазменных потоков // Оптика атмосферы и океана. – 1998. – Т. 11. – № 2–3. – С. 220–222.

УДК 535:621.373:541.124.16